

09. 04. 2024. 621

ВІДГУК ОФІЦІЙНОГО ОПОНЕНТА

доктора технічних наук, доцента Новомлинця Олега Олександровича

на дисертаційну роботу Масючок Ольги Павлівни

«Закономірності адитивного формування 3D виробів із полілактиду та композитів на його основі»,

представлену на здобуття наукового ступеня кандидата технічних наук за спеціальністю 05.03.06

– «Зварювання та споріднені процеси і технології»

Дисертаційна робота Масючок О.П. має традиційну структуру і складається з анотації, вступу, п'яти розділів, висновків, списку використаних джерел, що включає 179 найменувань, та 4 додатків. Обсяг основного тексту дисертації складає 149 сторінок, що включає 19 таблиць та 74 рисунки.

Актуальність обраної теми дисертації. Технічний і технологічний розвиток в різних сферах діяльності людини диктує нові вимоги до процесів виготовлення деталей (виробів, заготовок), серед яких однією з найбільш актуальних є потреба в формуванні виробів безпосередньо на основі їх електронних тривимірних моделей, без застосування проміжних етапів розробки технологічних процесів, проектування і виготовлення оснастки. В даний час вирішення такого завдання досягають за допомогою адитивних способів виробництва, а саме 3D друку, при якому суть процесу формування виробів радикально відрізняється від традиційних методів – різання, лиття, обробки тиском тощо, оскільки задана форма 3D моделі утворюється шляхом послідовного пошарового додавання матеріалу до майбутнього виробу без необхідності використання додаткових технологічних операцій, що позитивно впливає на заощадження часових і фінансових вкладень при виробництві. Тому представлена до захисту дисертаційна робота, що присвячена встановленню закономірностей впливу процесу 3D друку на структуру та властивості 3D виробів та розробці витратних матеріалів (філаментів) для адитивного формування виробів з функціональними властивостями, має як наукову, так і практичну значимість, а її актуальність не викликає сумнівів.

Про актуальність теми роботи свідчить також її зв'язок з темами фундаментальних та прикладних досліджень, що виконані в Інституті електрозварювання ім. Є.О. Патона НАН України, які є частиною досліджень в рамках держбюджетних тем, а також проекту державної тематики «Розробка нанокompозитних полімерних біоматеріалів з ефективною противірусною та антимікробною дією і технології 3D друку виробів з них» конкурсної програми «Наука для безпеки людини та суспільства» Національного фонду досліджень України, міжнародного білатерального польсько-українського проекту «Welding of biopolymers and investigation of biodegradation of their welded joints» («Зварювання біополімерів та біодеградація їх зварних з'єднань») спільної програми міжнародного співробітництва ПАН-НАН України та діяльності міжнародної польсько-української науково-дослідної лабораторії ADPOLCOM.

У вступі обґрунтовано актуальність теми дисертації, сформульовані мета й основні завдання досліджень, визначені наукова новизна й практичне значення отриманих результатів, наведені відомості про їх апробацію, відзначений особистий внесок автора та представлений перелік публікацій здобувача за темою дисертаційної роботи.

У першому розділі здобувачем проаналізовано літературні дані щодо класифікації технологій 3D друку полімерними матеріалами, розглянуто матеріали, які можуть бути використані при адитивному формуванні виробів і проведена оцінка наявних робіт по дослідженню впливу на властивості різних способів створення витратних матеріалів для 3D друку та їх складів. З урахуванням вимог до 3D виробів, основних переваг і недоліків існуючих технологій 3D друку полімерними матеріалами, Масючок О.П. обґрунтовано обрала найбільш популярну в світі технологію FDM для дослідження властивостей адитивно сформованих зразків в залежності від умов і параметрів їх виготовлення за цією технологією. Витратним матеріалом при цьому і матеріал матриці для розробки полімерних композитів був обраний біополімер полілактид, який є економічно доступним, екологічно безпечним та біосумісним полімер, що володіє високими експлуатаційними характеристиками та технологічними показниками.

За результатами проведеного аналізу автор сформувала мету та визначила завдання роботи.

У розділі 2 наведені основні властивості матеріалів для досліджень, технічні характеристики 3D принтера та режими адитивного формування зразків, методики підготовки мікрокомпозитів та нанокомпозитів, філаментів з них та 3D виробів, а також наведено опис методів досліджень та приладів, що застосовувалися в роботі.

Теоретичні дослідження термомеханічних процесів в полімерних виробках при їх адитивному формуванні виконано із застосуванням математичного моделювання методом скінченних елементів. Для проведення розрахунків визначено необхідні теплофізичні та термомеханічні властивості полілактиду. Також описано методики комп'ютерного моделювання (за допомогою розробленого спеціального програмного забезпечення) структури композитних полімерних матеріалів для визначення ефективного просторового розподілу частинок наповнювача в полілактидній матриці в залежності від його вмісту та розмірів.

У розділі 3 наведені результати математичного моделювання теплових полів та напружено-деформованого стану полімеру при 3D друці, які підтверджені експериментально шляхом безконтактної реєстрації температури з використанням тепловізора у виробках при їх адитивному формуванні за технологією FDM 3D друку. Встановлено, що до основних параметрів процесу FDM 3D друку, які впливають на якість кінцевих виробів, належать температура фільери екструдера, висота шарів, що наносяться, швидкість руху друкуючої головки при формуванні виробу та кількість виробів, що формуються за один цикл 3D друку. Експериментальним шляхом вивчено вплив кожного з цих параметрів FDM 3D друку на якість кінцевих виробів і доведено, що вказані параметри суттєвим чином впливають на структуру та фізико-механічні властивості

кінцевих виробів, а варіювання їх значеннями дозволяє направлено регулювати та створювати вироби із задалегідь заданими властивостями.

На основі проведених досліджень і встановлених закономірностей здобувачем були розроблені технологічні рекомендації по адитивному формуванню виробів, при яких забезпечується можливість отримання максимальної міжшарової міцності (98% від міцності філаменту), високої естетичної якості поверхні (гладкості і роздільної здатності) та мінімальними часовими вкладеннями при їх виробництві. Крім того, встановлений режим 3D друку, який дає можливість під час адитивного формування 3D виробів керувати значеннями механічних властивостей і отримувати в бажаних місцях прогнозовану міцність. Також експериментально була виведена формула розрахунку висоти шару відносно діаметру фільери екструдера, за якої дотримується баланс між часовими витратами на формування виробу, якістю їх поверхні та механічними властивостями.

В розділі 4 проведені дослідження по визначенню особливостей структури, структурних перетворень та змін властивостей полімерних мікрокомполімерів на основі полілактиду та технічного вуглецю, а також сформованих на їх основі філаментів та 3D виробів з них, в залежності від вмісту наповнювача (1...7 %_{об}). Наведені результати комп'ютерного моделювання сегрегованих систем, які мають хорошу відповідність до результатів оптичної мікроскопії реальних зразків. Показано, що при вмісті технічного вуглецю в межах $\varphi = 2,5...5$ %_{об} в мікрокомполімері відбувається формування неперервного каркасу електропровідної фази наповнювача та, відповідно, їх електропровідність σ_{DC} проходить перколяційний поріг, що супроводжується різким зростанням її значень $\sigma_{DC} = 6,5 \times 10^{-10}...3,33 \times 10^{-3}$ См/см. Як результат, досягнуто високі значення електропровідності в філаментах $\sigma_{DC} = 9,98 \times 10^{-3}$ См/см при вмісті наповнювача $\varphi = 7$ %_{об}. Показано, що з введенням і збільшенням кількості наповнювача у мікрокомполімері відбувається зміна їх структури та теплофізичних властивостей, що свідчить про фазові зміни у полілактидній матриці при збільшенні концентрації технічного вуглецю з $\varphi = 1$ %_{об} до $\varphi = 7$ %_{об}. При дослідженні зразків на одновісний розтяг було виявлено обернену закономірність значень їх механічної міцності σ від концентрації технічного вуглецю φ – її рівень зменшується в межах $\sigma = 57,9...18,3$ МПа для філаментів та $\sigma = 34,2...4,7$ МПа для 3D виробів.

У розділі 5 проведені дослідження по визначенню особливостей структури та змін властивостей полімерних нанокомполімерів на основі полілактиду та наночастинок срібла, а також сформованих на їх основі філаментів та 3D виробів з них. За результатами комп'ютерного моделювання було встановлено, що при вмісті наповнювача 4 %_{мас} в полілактидній матриці відбувається формування найбільшої площі ефективною поверхні срібла, оскільки при більшій концентрації наночастинок в композиті спостерігається негативний ефект утворення їх агломератів. Відповідність результатів комп'ютерного моделювання структури нанокомполімерів була підтверджена світлинами трансмісійної електронної мікроскопії.

Варто відзначити, що автором була розроблена технологія одностадійного формування сріблорозповнених філаментів із нанокмполімерів. Встановлено, що нанокмполімери, які були отримані як шляхом попереднього термохімічного відновлення іонів срібла в об'ємі полімерних плівок на основі синтетичного полімеру – поліетиленіміну (ПЛА-4%_{мас}Ag-ПЕІ) та на основі природного полімеру – хітозану (ПЛА-4%_{мас}Ag-хітозан), так і шляхом термохімічного відновлення іонів Ag⁺ в процесі їх переробки, містили металічне срібло в своєму об'ємі. Підтвердженням цьому є результати ширококутового розсіювання рентгенівських променів. Проведені дослідження на антимікробну та противірусну активність показали високу перспективність розробленої технології та нанокмполімерів для 3D друку виробів медичного призначення.

Ступінь обґрунтованості наукових положень, висновків і рекомендацій, сформульованих у дисертації та достовірність одержаних результатів.

Обґрунтованість наукових положень, висновків і рекомендацій, сформульованих у дисертації не суперечить загальновідомим фізичним закономірностям. Представлені на захист висновки і рекомендації підтверджені результатами експериментів, при проведенні яких використано сучасне обладнання і загальноприйняті методики проведення досліджень полімерних матеріалів, які рекомендовані міжнародними та вітчизняними стандартами, зокрема інфрачервону реєстрацію температури при 3D друці виробів, 3D комп'ютерну томографію, ширококутове розсіювання рентгенівських променів, оптичну та електронну мікроскопію, вимірювання електропровідності на постійному струмі, механічні дослідження на одновісний розтяг та динамічний механічний аналіз, диференційну сканувальну калориметрію та термогравіметричний аналіз.

Отримані експериментальні дані оброблялися з використанням статистичних методів обробки результатів досліджень. Достатня обґрунтованість отриманих автором закономірностей, висновків і рекомендацій підтверджується їх визнанням на міжнародних конференціях з матеріалознавства полімерів, нанотехнологій та наноматеріалів, зварювання і споріднених технологій, нових матеріалів і технологій тощо.

Наукова новизна одержаних результатів полягає у наступному:

Автором вперше встановлено, що процес 3D друку за технологією FDM впливає на фазову структуру полімеру за рахунок низької структурних перетворень в процесі 3D друку, що супроводжуються переходом полілактиду з аморфного стану у філаменті у напівкристалічний стан у кінцевому виробі.

За результатами комплексних досліджень встановлені закономірності впливу основних параметрів процесу FDM 3D друку на структуру та властивості отриманих виробів із полілактиду, які забезпечують можливість адитивного формування 3D виробів із прогнозованими властивостями.

Встановлені закономірності впливу упорядковано розподіленого мікророзмірного дисперсного наповнювача (технічного вуглецю) в полілактидній матриці на формування

електропровідної фази в мікрокомполітатах, розроблена технологія формування електропровідних філаментів на їх основі та створено 3D вироби з них.

Вперше розроблена технологія формування філаментів на основі нанокомпозитів з попередньо визначеним ефективним вмістом в ньому нанорозмірного срібла та створено 3D вироби з них з антимікробною та противірусною активністю.

Положення наукової новизни сформульовані зрозуміло і лаконічно, з розкриттям суті у висновках.

Практичне значення роботи та впровадження результатів.

Практична цінність дисертаційної роботи підтверджена актами впровадження розроблених режимів та параметрів 3D друку від міжнародної науково-дослідної лабораторії ADPOLCOM, ТОВ «ТТехнології» та ТОВ «РП Україна» при виготовленні зразків промислової продукції, які показали високу ефективність. Розроблені філаменти можуть бути практично застосовані для адитивного формування функціональних виробів, зокрема з антимікробною та противірусною активністю для вирішення нагальних проблем медичної, харчової, сільськогосподарської та будівельної галузей промисловості.

Повнота викладу основних результатів роботи в наукових фахових виданнях.

Основні результати дисертаційної роботи достатньо широко висвітлені здобувачем. Вони обговорювались на 14 міжнародних конференціях, а також були опубліковані в 7 статтях у наукових фахових виданнях (з них 3 статті опубліковані в закордонних журналах, зокрема кваліфікацію Q1, що входять до міжнародної наукометричної бази даних SCOPUS).

Висновки дисертації відображають найважливіші наукові та практичні результати виконаної роботи для вирішення актуальної науково-технічної задачі, що полягає у встановленні закономірностей впливу процесу та параметрів 3D друку за технологією FDM на характеристики отриманих виробів із полілактиду, розробці технології та композитних полімерних матеріалів для адитивного формування виробів з прогнозованими та функціональними властивостями. Висновки сформульовано конкретно та логічно, відповідно до змісту дисертації.

Зміст дисертації і автореферату ідентичний. Автореферат дисертації достатньо повно висвітлює результати, що наведені в самій дисертації.

Зауваження та коментарі до дисертації:

1. Вибір для досліджень саме полімеру PLA на фоні стрімкого переходу виробників філаменту на більш сучасні полімери (PETG, TPU) потребує пояснення в роботі.
2. Не менш важливим параметром друку, окрім швидкості, є прискорення, величина якого теж впливає на час та якість друку, а можливо й на міцність кінцевих виробів. Однак, в роботі при дослідженні впливу параметрів друку на властивості виробів, прискорення не враховувалося.
3. Не до кінця зрозуміло чи справедливо автор називає сформовані 3D друком лопатки для механічних випробувань виробами.

4. Для комп'ютерного моделювання здобувач застосував програмне середовище Microsoft Visual Studio Community 2019. Але за яких ліцензійних умов воно було використано в роботі не вказано.

5. Загальновідомо, що розподіл теплового поля на термографічному зображенні напряму залежить від коефіцієнту віддзеркалення поверхні. На усіх наведених в роботі зображеннях наявні об'єкти з різними коефіцієнтами віддзеркалення. Яким чином доводиться правильність вимірювання температур?

6. В деяких частинах роботи отримані результати носять декларативний характер, зокрема дослідження за допомогою динамічного механічного аналізу, де зміни, наприклад, значень тангенса кута механічних втрат (табл. 3.2, 3.4, 3.7), наведені, але проаналізовані недостатньо.

7. В анотаціях автореферату відсутні ключові слова, що, ймовірно, є технічною помилкою, оскільки в анотаціях дисертації вони присутні.

Вказані недоліки та зауваження не зменшують загального високого рівня роботи, наукової цінності та значимості отриманих результатів.

Загальний висновок. Розглянуті вище результати дають підстави вважати, що представлена до захисту дисертаційна робота Масючок О.П. є завершеною науково-дослідною роботою, що присвячена вирішенню актуальної науково-технічної задачі зі встановлення загальних закономірностей впливу на структуру та властивості 3D виробів із полілактиду процесу та параметрів FDM 3D друку, розробки технології та витратних матеріалів із полімерних композитів для адитивного формування функціональних виробів.

Назва та зміст дисертації відповідають паспорту спеціальності 05.03.06 – Зварювання та споріднені процеси і технології, як за формулою спеціальності, так і за напрямками досліджень.

За обсягом виконаних досліджень, їх новизною, науковою та практичною значимістю одержаних результатів та їх рівнем, представлена дисертаційна робота відповідає вимогам п. 9, 10 «Порядку присудження наукових ступенів» щодо кандидатських дисертацій, а її автор Масючок Ольга Павлівна заслуговує присудження їй наукового ступеня кандидата технічних наук за спеціальністю 05.03.06 – Зварювання та споріднені процеси і технології.

Офіційний опонент,

ректор Національного університету
«Чернігівська політехніка» МОН України,
доктор технічних наук, доцент



О.О. Новомлинець